

# Fém, kerámia és biokompozit bioanyagok lézersugaras felületmódosítása

Bitay Enikő<sup>1</sup>, Olasz Sándor<sup>2</sup>, Dobránszky János<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Marosvásárhely-Koronka,  
ebitay@ms.sapientia.ro

<sup>2</sup> Bioactive Engineering Kft., Tata, olasz@eik.bme.hu

<sup>3</sup> MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport, Budapest,  
Dobranszky.Janos@eik.bme.hu

## 1. Bevezetés

A lézertechnológia iránt rohamosan fokozódik a figyelem az iparban, és ezzel egyidejűleg az közös kutatási-fejlesztési szándék a kutatási szféra szereplőivel. A lézertechnológiákra specializálódott mérnökök képzésére, valamint a már végzett mérnökök specializált továbbképzésére egyre fokozódó érdeklődés mutatkozik. A magyar felsőoktatási-kutatási intézmények csak akkor tudnak megfelelni ezeknek a várakozásoknak, ha a szakmai felkészültségük frissül, és az oktatásba kellő súllyal beemeli a lézersugaras megmunkálások minél szélesebb körű ismeretanyagát.

Szinte csak 10–15 éve, hogy kuriózusnak számított a lézersugaras megmunkálás, ám az utóbbi tíz évben, pl. a járműiparban, az elektronikai iparban és a gyógyászati iparban, a gyártási eljárások területén a lézersugaras megmunkálások gyors bővülése és erre épülően radikális technológiaváltás zajlik. A lézersugaras megmunkálások elsősorban a jelölésre, továbbá a hegesztésre s végül a precíziós vágásra összpontosulnak.

A nagypontosságú lézersugaras vágásra irányuló kutatómunkánk tíz éve kezdődött. A kutató-fejlesztő munka előzménye akkor már 10 éves múltra tekintett vissza a Tentaur sztentek hegesztéssel való gyártásával. A lézersugaras vágás feltételeinek megteremtését egy NKFP-pályázaton nyert támogatás biztosította. Az akkor korszerűnek számító technológia alapberendezései: a LASAG KLS246 lézerberendezés és az Aerotech precíziós mozgatórendszer. E főberendezésekből a munkaállomás létrehozása, a kezelőszoftverek kifejlesztése, a rendszerintegrálás, a vágástechnológiai fejlesztések, az utókezelések kidolgozása stb. – elvégzése révén jött létre a Corinna sztentgyártórendszer. Fiatal mérnökökből és végzős diákokból álló, nagyon ütőképes és innovatív csapat jött létre, akik közül néhányan mára a legjobb szakemberekké váltak a nagypontosságú lézersugaras vágások területén.

Fontosnak tartjuk megemlíteni, hogy az implantátumokra, ill. gyártókra vagy forgalmazókra részletesen szabályozott követelmények vonatkoznak. A 93/42/EGK orvostechnikai eszközökre vonatkozó direktíva alapján – aminek aktuális hazai megfelelője a 4/2009 (III. 17.) EüM. rendelet – a 30 napnál hosszabban beültetett, azaz invázív implantátum a 9. melléklet 8. szabálya alapján II.b veszélyességi osztályba sorolandó, amely termékosztályra a fenti rendelet, illetve direktíva ún. komplex minőségirányítási rendszert követel meg (ISO 13485-ös tanúsítás). Minden ún. CE-tanúsított eszközre kötelező mellékelni egy részletesen szabályozott, ún. felhasználói útmutatót és kötelező kiállítani a gyártói megfelelőségi nyilatkozatot is; amiben gyártó teljes felelősséget vállal az általa forgalomba hozott orvostechnikai eszközökre – egy forgalomba került termék esetén óriási a felelősség mind a tervező, mind a gyártó és forgalmazó részéről.

## 2. A lézersugaras jelölés

Az ipar különböző területén alkalmazzák a termékek (meg)jelölését, egyrészt azért, hogy a gyártást követően, a felhasználása során a termék beazonosítható, követhető legyen. Másrészt egyszerű esztétikai jellegű minta kerül a termékek felszínére. Ugyanakkor egyes termékekre funkcionális feliratok, minták is szükségesek (pl. a mérőórán az egységek, a műszerfalon a kezelőegységek feliratai, a fecskendőn az űrtartalom mértékét jelölő vonalak stb.). Az utóbbi években a lézersugaras jelöléstechnika, számos előnye miatt, egyre inkább kiszorította a hagyományos jelöléstechnikákat, pl. a címkenyomtatást, tintasugaras nyomtatást, (kézi) mechanikus gravírozást stb..

A lézersugaras jelölés alapelve röviden: a lézerfény kilép a fényforrásból, majd megtörik két mozgatótükrön, amelyek X és Y irányba kitérítik, végül egy lencse fókuszálja a tükrök által eltérített lézersugarat, s a jelölendő munkadarab felületére irányul. A lézersugaras jelölés főleg termikus hatáson alapul. A kölcsönhatás kimenetele az anyag elnyelő (abszorpció) képességétől és a lézeres megmunkálás technológiai tényezőitől függ. Az abszorpció mértéke továbbá az anyag (felületi) szerkezetének, a lézersugár hullámhosszának, illetve a beesési szögnek a függvénye. Az intenzitás és a behatási idő függvényében az elnyelődött lézersugár felhevíti a kezelt anyag felületét, avagy elpárologtatja a felszínen levő atomokat, molekulákat.

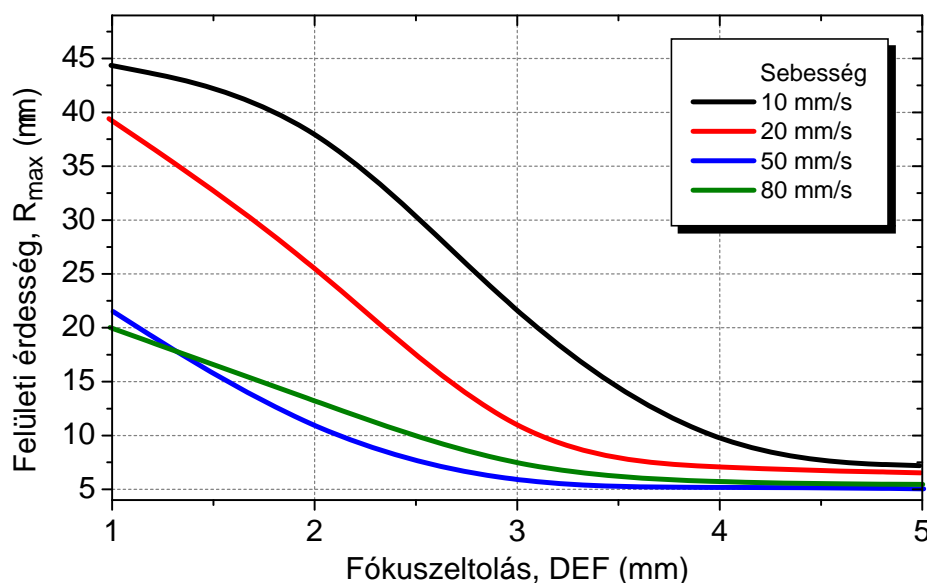
A fémek esetében a jellegzetes lézersugaras jelölési mechanizmusok a következők: hőszínezés és fázisátalakulással járó hőkezelés, gravírozás, rétegeltávolítás és bevonateltávolítás. A lézersugaras gravírozás során a nagy hőhatás miatt néhány ns alatt az anyag felforr. A felhevített olvadék valósággal lerobban a felszínről, illetve egy része elpárolog. Ezáltal kúpos mélyedés keletkezik a felszínen az előírt, előrajzolt vonalmintának megfelelően.

A lézersugaras jelölési kísérleteket titánlemezeken (Grade 2) különböző technológiai tényezőkkel végeztük TruMark 3000 típusú jelölőlézerrel. Az alkalmazott technológiai tényezők: a hullámhossz 1064 nm; a teljesítmény 5,5 W, folyamatos üzemmód. Változtatott tényezők: pásztázási sebesség,  $v = 10\text{--}80\text{ mm/s}$ , illetve a fókuszeltolás,  $\text{DEF} = 1\text{--}5\text{ mm}$ .

### 3. Titánlemezek lézersugaras gravírozása

Ahhoz, hogy összefüggést találjunk a lézersugaras gravírozás technológiai tényezői és a gravírozott felület tulajdonsága között, a kezelt felületet többféle vizsgálatnak vetettük alá: mértük a felületi érdességet, elektronmikroszkópos és optikai mikroszkópos felvételeket készítettünk a mintákról, EDS- és röntgendiffrakciós fázisanalízist végeztünk, hogy a kialakult felület tulajdonságairól, minőségéről információt nyerhessünk.

A lézersugárral gravírozott titánlemezek mikrogeometriai jellemzőinek számszerűsítéséhez tapintócsúcsos érdességmérőt használtunk (Mitutoyo Surftest 211). A vizsgálandó felület kétdimenziós metszetét tapintócsúcs tapogatja le, az elmozdulás villamos úton érzékelhető. Eredményként a különböző felületi érdességi jellemzőket számszerűen olvashattuk le, illetve profilogram formájában is kirajzolódtak. Az alapanyag érdessége:  $R_a = 0,71\text{ }\mu\text{m}$ ,  $R_z = 2\text{ }\mu\text{m}$ ,  $R_{\text{max}} = 5,68\text{ }\mu\text{m}$ ,  $L_t = 4,8\text{ mm}$ . A maximális egyenetlenséget a fókuszeltolás függvényében, különböző sebességeknél az **1. ábra** szemlélteti.

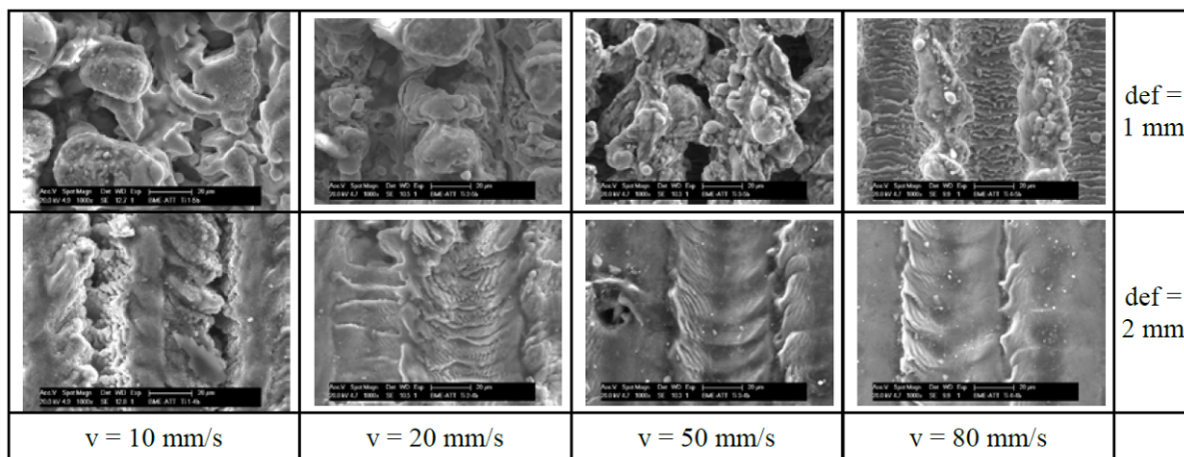


**1. ábra.** A felületi érdesség mérési eredményeinek összehasonlítása

Megállapítható, hogy minél távolabb került a fókuszpont, annál kevésbé roncsolta a lézersugár a felület mélyebb rétegeit. Optimális a felület megolvasztása a 4–5 mm-es eltolásnál, mely-

nél a kezelt felület érdessége csekély különbséget mutat a kezeletlen titánlemez felületéhez képest. Ugyanakkor megfigyelhető, hogy a pásztázási sebesség növekedése csökkentette a felületen kialakult barázdák mélységét. A lézersugár a felülettel való rövidebb idejű kölcsönhatás következtében kisebb csúcsokat eredményezett az érdességben is.

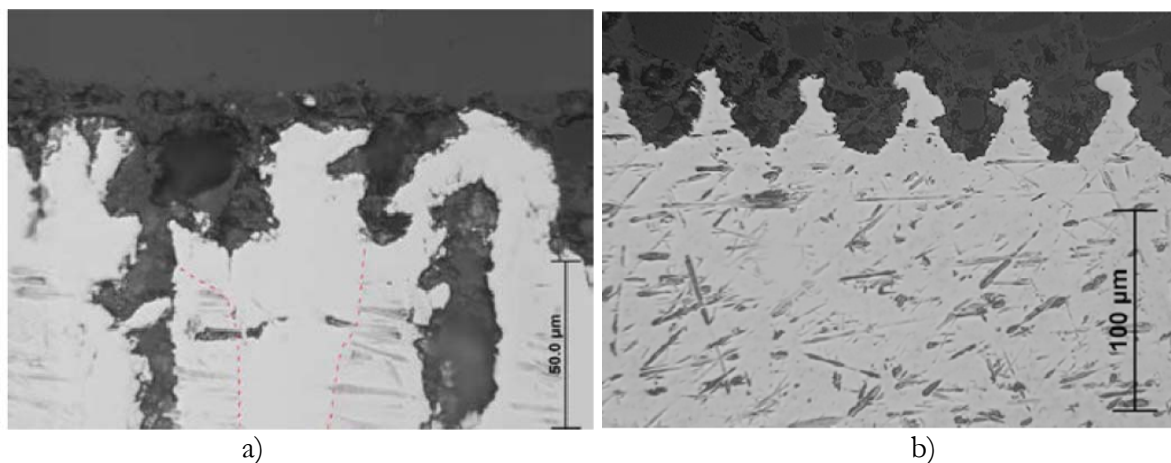
Az elektronmikroszkópos vizsgálatok egyértelműen kimutatták az oxigén és a nitrogén jelenlétét a kezelt felületekben. A felvételeket elemezve megállapítható, hogy a lézersugár a felületet megolvasztotta. Az anyag részben felforrt, hiszen kisebb levált darabok észlelhetők (visszafröcs-csenve) az alapanyaghoz dermedve. Ugyanakkor megfigyelhető, hogy milyen irányba haladt a lézersugár a felület megmunkálásakor. A lézernyaláb átmérő átfedésben volt a lépések között, és a barázdák is az előtolás irányáról tanúskodnak (2. ábra).



2. ábra. A felületi érdesség mérési eredményeinek összehasonlítása

A röntgendiffrakciós vizsgálat kimutatta a titán-dioxid két változatának jelenlétét: a rutilt és az anatázt. A titán gyakori két oxidja mellett azonban főleg olyan kristályos fázisok jelentek meg a lézergravírozott felületen, amelyek nemegyensúlyi fázisok: a titán-nitrid, illetve a titán  $Ti_2O$  oxidja.

Vizsgáltuk a keresztcsiszolatokon a sugárbehatolási mélységet. Megállapítható, hogy a 2 mm-es és ennél nagyobb fókuszeltolásnál kevésbé változik/roncsolódik a minta felülete, mint az 1 mm-es fókuszeltolás esetében. A rétegben jól elkülöníthető a felületi, illetve a hőhatásövezet. Ugyanakkor megfigyelhető a mikroszkópos felvételeken (3. ábra), hogy nagyobb pásztázási sebességnél kisebb mélységre hatolt a sugár (DEF = 1,  $v = 80$  mm/s, a behatolási mélység átlagértéke: 36  $\mu m$ ), a kisebb sebesség pedig mélyebb bevágást eredményezett ( $v = 10$  mm/s, a behatolási mélység átlagértéke: 155  $\mu m$ ).



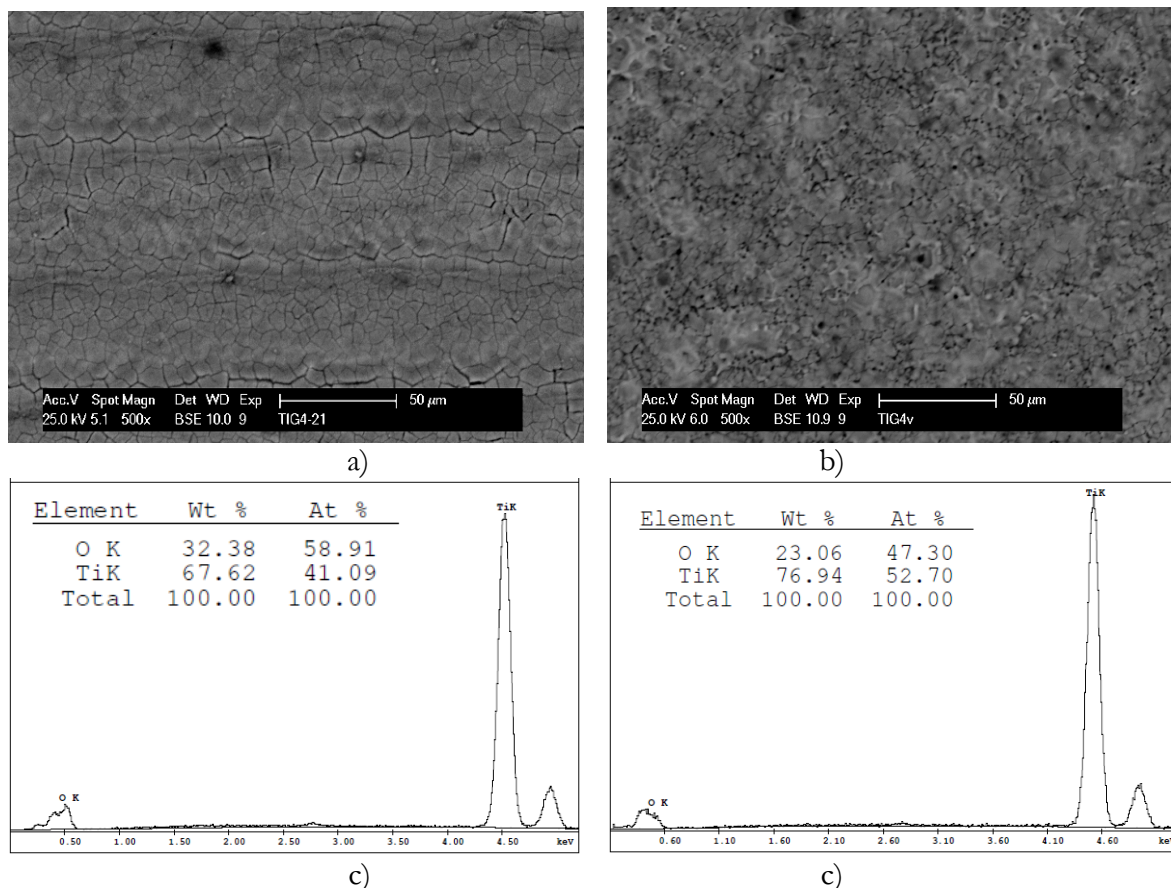
3. ábra. Gravírozott titánlemez csiszolata: def=1 mm;  $v = 10$  mm/s (a),  $v = 80$  mm/s (b)

Ha a lézersugaras kezeléskor a felülete megolvad, akkor jelentős mennyiségű titán-oxid jön létre a felületen. Ezek különböző kristálytani módosulatai különböző színeket eredményeznek, ami a jelöléstechnikában hasznosítható. A lézersugaras gravírozásnál alkalmazott technológiai tényezők hatását értékelve megállapítható, hogy a 4–5 mm-es fókuszeltolásnál kevésbé roncsolta a lézersugár a felület mélyebb rétegeit, a pásztázási sebesség növekedése csökkentette a felületen kialakult barázdák mélységét. Mindezen adatok segítségünkre lehetnek a gyakorlatban, a titánlemezek lézersugaras gravírozásánál, a megmunkálási tényezők kombinációinak beállításánál, hogy az elvárt felületi minőséget érhesük el.

Lézersugaras hőszínezést végeztünk Ti próbadarabokon (Grade 2) különböző technológiai paraméterek beállításával. A lézersugár teljesítménye 95%, a frekvencia 30 kHz, illetve az impulzus szélesség 12  $\mu$ s volt. A kísérletsorozatokat a pásztázási sebesség (10, 20, 30 mm/s) és a defókusz változtatásával (+2, +3, +5) ismételtük meg. Ugyanezen beállításokkal végeztünk még egy kísérletsorozatot, ezúttal fél milliméter vastag vízréteg borított felületen.

A **4. ábra** lézersugaras hőszínezés felületének az elektormikroszkópos felvételét mutatja, összehasonlítva a száraz (a), illetve vízfilmmel borított felületen (b) végzett kísérlet eredményét. A két kísérlet technológia paraméterei azonosak voltak (pásztázási sebesség 10 mm/s, a defókusz +3). A felületek jelentős különbséget mutatnak, a szárazon végzett lézers hőszínezésnél apró, hosszant-összeálló repedések jelentek meg (a), a vizes közegben végzettnél a felület jellege sokkal homogénebb (b), habár apró repedés itt is fellelhető.

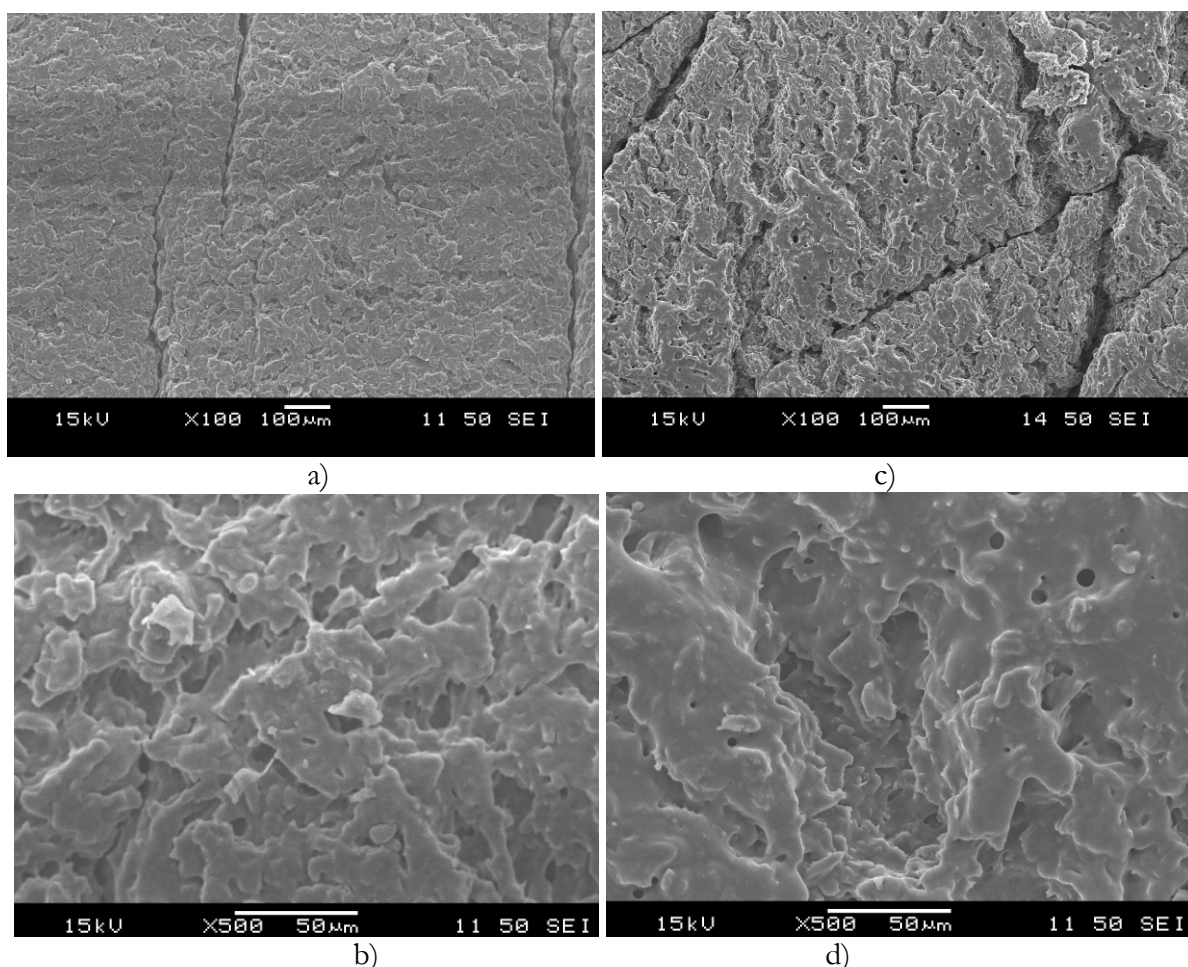
Az EDAX-vizsgálattal végzett mérések kimutatták, hogy a vizes közegben végzett lézersugaras hőszínezés felületi rétegében az oxigén mennyisége lényegesen kisebb arányban van jelen a szárazon végzett kísérletéhez képest (c,d).



**4. ábra.** Titán próbadarabok felületének lézersugaras hőszínezése száraz, illetve vizes közegben (a, b), valamint az EDAX-vizsgálati eredménye (c, d)

#### 4. Polimer biokompozit és kerámia implantátumok lézersugaras gravírozása

A lézersugaras vágás mellett fontos szerepet játszik a bioanyagok megmunkálásaiban a lézersugaras felületmódosítás, valamint a jelölés. A jelölés célja egyértelműen az azonosítás biztosítása, a felületmódosítás viszont mindenkor valamely különleges funkcionális jellemző – pl. a biokompatibilitás, a lebomlási sajátosságok, a csontképződés elősegítése stb. – kiváltása vagy erősítése. A most zajló kutatásunkban titánötvözet, rozsdamentes acél, stabilizált cirkónium-dioxid kerámia és keményítőalapú polimer biokompozit anyagok lézersugaras felületkezelését végezzük. Ennek keretében különböző hullámhosszúságú és energiájú lézersugaras kezelést alkalmazunk, és vizsgáljuk ennek a hatását a felületi állapotra, a hőbomlási folyamatokra, továbbá a mechanikai tulajdonságokra. A 5. ábra mutatja a felület enyhe megömlesztésével járó kezelés hatását a keményítőalapú biokompozit mintákon.



**5. ábra.** Biokompozit lemez felülete a lézersugaras kezelés előtt (a, b), valamint az 1064 nm hullámhosszúságú lézersugárral végzett kezelés után (c, d)

Különböző technológiai paraméterekkel végeztünk lézeres gravírozást kerámia implantátumokon, orvostechikai eszközökön. Az **6. ábra** szemlélteti a cirkónium-oxid kerámia lézersugaras gravírozását, illetve a Y-TZP kerámia, lézersugaras hőszínezése látható egy fogászati implantátumon.





a)



b)

**6. ábra.** *Cirkónium-oxid kerámia lézersugaras gravírozása (a), illetve a Y-TZP kerámia, lézersugaras hőszínezése (b)*

### **Köszönetnyilvánítás**

Bitay Enikő személyéhez kötődően a kutatás az EU és Magyarország támogatásával a TÁMOP 4.2.4.A/1-11-1-2012-0001 azonosítószámú „Nemzeti Kiválóság Program – Hazai hallgatói, illetve kutatói személyi támogatást biztosító rendszer kidolgozása és működtetése országos program” című kiemelt projekt keretei között valósult meg.

Köszönetünket fejezzük ki Kmetty Ákos és Tábi Tamás (BME Polimertechnika Tanszék) kollégáknak, a biokompozit anyagok előállításáért, Reisz Juditnak a titánlemezek vizsgálatáért.